

**SINTESIS DAN MODIFIKASI PERMUKAAN
NANOPARTIKEL FOTOKATALIS TiO_2 /KARBON DENGAN
METODE *ARC-DISCHARGE* DALAM MEDIA CAIR
ETANOL/ CH_3COOH**



Disusun oleh :

ASTRID OLIVIA NANDIKA

M0311012

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan
mendapatkan gelar Sarjana Sains dalam bidang ilmu kimia**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS SEBELAS MARET
SURAKARTA
2015**

HALAMAN PENGESAHAN


**Skripsi
SINTESIS DAN MODIFIKASI PERMUKAAN
NANOPARTIKEL FOTOKATALIS TiO_2 /KARBON DENGAN
METODE *ARC-DISCHARGE* DALAM MEDIA CAIR
ETANOL/ CH_3COOH**

ASTRID OLIVIA NANDIKA


M0311012

Skripsi ini dibimbing oleh:

Pembimbing I


Teguh Endah Saraswati, Ph.D
NIP. 19790326 200501 2001

Pembimbing II


Candra Purnawan, M.Sc
NIP. 19781228 200501 1001

Dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi pada :

Hari : Rabu

Tanggal : 25 November 2015

Anggota Tim Penguji :

1. Dr. Fitria Rahmawati, M.Si.
NIP. 19751010 200003 2001
2. Prof. Sentot Budi Rahardjo, Ph.D.
NIP. 19560507 198601 1001

1. 
2. 

Disahkan oleh

Kepala Program Studi Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Sebelas Maret Surakarta




Dr. Triana Kusumaningsih, S.Si, M.Si
NIP. 19730124 199903 2001

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul “ SINTESIS DAN MODIFIKASI PERMUKAAN NANOPARTIKEL FOTOKATALIS TiO_2 /KARBON DENGAN METODE *ARC-DISCHARGE* DALAM MEDIA CAIR ETANOL/ CH_3COOH ” belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga belum pernah ditulis atau dipublikasikan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Surakarta, 21 Desember 2015

ASTRID OLIVIA NANDIKA

SINTESIS DAN MODIFIKASI PERMUKAAN NANOPARTIKEL
FOTOKATALIS TiO₂/KARBON DENGAN METODE *ARC-DISCHARGE*
DALAM MEDIA CAIR ETANOL/CH₃COOH

ASTRID OLIVIA NANDIKA

Jurusan Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Universitas Sebelas Maret.

ABSTRAK

Sintesis dan modifikasi permukaan fotokatalis nanopartikel TiO₂/karbon dengan *arc-discharge* dalam media cair berhasil dilakukan. Proses fabrikasi dilakukan dengan metode *arc-discharge* menggunakan dua elektroda grafit dari baterai *dry cell*, dimana salah satu elektroda diisi dengan campuran bubuk karbon, TiO₂, dan lem silika (sebagai binder). Media cair yang digunakan dalam metode *arc-discharge* terdiri dari 35,7% etanol dengan penambahan 5,0%; 12,6%; 25,3%; 37,9% dan 50,0% asam asetat glasial. Metode *arc-discharge* dilakukan dengan mengalirkan arus sebesar 10-20 A. Pola difraktogram dari *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan adanya puncak pada 25,32°; 26,62°; dan 36,02° yang merupakan puncak karakteristik utama dari TiO₂, C grafit, dan titanium karbida. Spektra *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) TiO₂/karbon menunjukkan adanya vibrasi ulur dari Ti-O pada daerah serapan 450–550 cm⁻¹, *stretching* C-H pada daerah 3000-2850 cm⁻¹, *stretching* –OH dari karboksilat pada daerah 3300-2500 cm⁻¹. Selain itu pada daerah 3500-3200 cm⁻¹ terdapat *stretching* –OH dari alkohol atau fenol, ikatan C-O pada daerah 1000-1320 cm⁻¹, serapan lemah didaerah 1600 cm⁻¹ dan 1700 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus C=C dan C=O.

Analisa menggunakan TEM menunjukkan nanopartikel yang terbentuk berukuran 16-19 nm, struktur nanopartikel berupa TiO₂ terlapis karbon dan *multiwall carbon nanotubes* (MWCNT). Keberhasilan modifikasi permukaan dengan metode ini juga ditunjukkan dari peningkatan dispersitas nanopartikel dalam air dan etanol. Hal ini mengindikasikan bahwa gugus fungsional yang mengandung oksigen berhasil melekat pada permukaan nanopartikel, sehingga memiliki dispersitas yang lebih baik dibandingkan tanpa penambahan asam asetat. Lebih lanjut, material TiO₂/karbon termodifikasi asam asetat memiliki efisiensi untuk mendegradasi metilen biru sebesar 73.6% dibawah radiasi lampu merkuri selama 60 menit.

Kata Kunci : asam asetat, *arc-discharge*, fotokatalis, nanopartikel, TiO₂/karbon.

SYNTHESIS AND SURFACE MODIFICATION OF TiO₂/CARBON
PHOTOCATALYST NANOPARTICLE WITH ARC-DISCHARGE METHOD
IN ETHANOL LIQUID MEDIA/CH₃COOH

ASTRID OLIVIA NANDIKA

Chemistry Department. Mathematic and Natural Science Faculty

Sebelas Maret University

ABSTRACT

Synthesis and surface modification of TiO₂/carbon photocatalyst nanoparticle by arc-discharge method in liquid media had been successfully performed. Fabrication process was carried out with arc-discharge method using two graphite electrodes made of dry cell battery, each electrode was filled with mixed powder of carbon, TiO₂, and silica glue (as binder). Arc-discharge method was conducted in liquid media consisting of ethanol (35.7%) and glacial acetic acid (5.0%; 12.6%; 25.3%; 37.9% and 50.0%). Diffractogram pattern of X-ray Diffraction (XRD) shows peaks at 25.32°; 26.62°; and 36.02° which are the main characteristic peaks of TiO₂, carbon graphite, and titanium carbide. The FTIR spectrum of TiO₂/carbon shows a stretching vibration from Ti-O in 450-550 cm⁻¹ area, stretching C-H in 3000-2850 cm⁻¹ area, stretching -OH from carboxylic acids in 3300-2500 cm⁻¹, stretching -OH from alcohol or phenol in 3500-3200 cm⁻¹ area, C-O bond in 1000-1320 cm⁻¹ area, C=C in 1600 cm⁻¹ and C=O in 1700 cm⁻¹.

TEM analysis found that size of nanoparticles was 16-19 nm, the structure was TiO₂ coated carbon and multi wall carbon nanotubes (MWCNT). The successful surface modification of TiO₂/carbon synthesized in acetic acid addition also represented a better dispersion of nanoparticle in water and ethanol. This indicates that oxygen containing functional groups were successfully attached. This fact concludes that the nanoparticle synthesized in acetic acid addition had better hydrophylic surface than those without acetic acid addition. Furthermore, it had a high efficiency in methylene blue degradation 73.6% under mercury lamp irradiation for 60 minutes.

Keywords: acetic acid, arc-discharge, nanoparticle, photocatalyst, TiO₂/carbon

MOTTO

“Barang siapa bersungguh-sungguh, sesungguhnya kesungguhannya itu adalah untuk dirinya sendiri.” (Q.S. Al-Ankabut : 6)

“Kecerdasan bukanlah tolak ukur kesuksesan, tetapi dengan menjadi cerdas kita bisa menggapai kesuksesan”

PERSEMBAHAN

Skripsi ini kupersembahkan untuk:

Mama, ayah dan kedua adikku tercinta, yang senantiasa mendo'akan,
mencurahkan kasih sayang, dan perhatian.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Allah SWT atas segala limpahan nikmat dan karuniaNya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini untuk memenuhi sebagian persyaratan guna mencapai gelar Sarjana Sains dari Jurusan Kimia FMIPA UNS.

Skripsi ini tidak akan selesai tanpa adanya bantuan dari banyak pihak, oleh karena itu penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Prof. Ir. Ari Handono Ramelan, M.Sc. (Hons), Ph.D selaku Dekan Fakultas MIPA UNS
2. Dr. Triana Kusumaningsih, M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA UNS
3. Teguh Endah Saraswati, Ph.D selaku Dosen Pembimbing Skripsi I yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan ilmu selama ini
4. Candra Purnawan, M.Sc selaku Dosen Pembimbing Skripsi II yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan ilmu selama ini
5. Dr.rer.nat Atmanto Heru Wibowo, S.Si, M.Si selaku Pembimbing Akademik yang telah banyak memberikan bimbingan dalam kegiatan kuliah selama ini
6. Bapak dan Ibu Dosen dan seluruh staf Jurusan Kimia FMIPA UNS
7. Ketua dan seluruh staf serta laboran Laboratorium Kimia Dasar FMIPA, Laboratorium Terpadu FMIPA, dan Sub Laboratorium Kimia Pusat Universitas Sebelas Maret
8. Bapak dan Ibu serta keluarga yang telah memberikan perhatian, doa, nasihat dan motivasi kepada penulis
9. Devita, Diah, Herlani, Mutiara, Tria siti, Ima yuli, Shanti, Wireni, Wiwiek, dan Teman-teman Kimia FMIPA UNS angkatan 2011 yang selalu memberi doa dan semangat selama penelitian hingga penyusunan skripsi ini

10. Teman-teman kos kharisma yang selalu memberi dukungan, doa dan semangat kepada penulis

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Maka dari itu penulis mengharapkan bimbingan, kritik dan saran sebagai bahan pertimbangan untuk membuat karya yang lebih baik. Namun, penulis berharap semoga karya ini bermanfaat bagi pembaca.

Surakarta, 21 Desember 2015

Astrid Olivia Nandika

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
HALAMAN ABSTRAK	iv
HALAMAN <i>ABSTRACT</i>	v
HALAMAN MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Perumusan Masalah	3
1. Identifikasi Masalah	3
2. Batasan Masalah	6
3. Rumusan Masalah	7
C. Tujuan Penelitian	7
D. Manfaat Penelitian	7
BAB II. LANDASAN TEORI	8
A. Tinjauan Pustaka	8
1. Titanium dioksida (TiO ₂) sebagai fotokatalis	8
2. Karbon	9
3. Material fotokatalitik TiO ₂ /karbon	11
4. Metode <i>arc-discharge</i>	12
5. Karakterisasi TiO ₂ /karbon	13
a. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	13

b. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	14
c. <i>Transmission Electron Microscopy</i> (TEM).....	15
d. UV-Reflektansi.....	16
e. <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	18
B. Kerangka Pemikiran.....	20
C. Hipotesis.....	23
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN.....	24
A. Metode Penelitian.....	24
B. Tempat dan Waktu Penelitian.....	25
C. Alat dan Bahan.....	25
1. Alat.....	25
2. Bahan.....	26
D. Prosedur Penelitian.....	26
1. Preparasi sampel.....	26
2. Karakterisasi.....	27
3. Uji Fotokatalitik.....	27
E. Teknik Pengumpulan Data.....	28
F. Teknik Analisa dan Penyimpulan Hasil.....	28
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	30
A. Fabrikasi nanokomposit TiO ₂ /Karbon.....	30
B. Karakterisasi.....	33
1. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	33
2. <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	37
3. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	38
4. <i>Transmission Electron Microscopy</i> (TEM).....	42
5. Uji dispersitas.....	42
6. UV-Reflektansi.....	45
C. Aplikasi.....	47
1. Uji fotokatalitik.....	47
2. Kinetika reaksi.....	54
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN.....	56

DAFTAR PUSTAKA.....	58
LAMPIRAN.....	62

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1. Massa hasil fabrikasi nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-C}$	33
Tabel 4.2. Hasil analisis EDX sampel $\text{TiO}_2\text{-C}$ 12(a) <i>Pure</i> dan (b) <i>Oxide</i>	40
Tabel 4.3. Nilai energi <i>band gap</i> (E_g) material hasil fabrikasi dan TiO_2 bahan awal	46
Tabel 4.4. Nilai %Eff sampel uji pada waktu penyinaran 60 menit	52
Tabel 4.5. Nilai konstanta laju reaksi (k) pada setiap material uji	55

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Strukur garfit(a), struktur berlian(b) dan struktur fullerene(c).	11
Gambar 2.2. Skematik rangkaian alat percobaan pada (a) metode <i>arc-discharge</i> konvensional (b) metode <i>arc-discharge</i> dalam media cair.....	13
Gambar 2.3. Pola XRD dari (a) material TiO ₂ (P25) dan (b) material nano komposit TiO ₂ termodifikasi karbon <i>graphene</i> (P25/GR).....	14
Gambar 2.4. Hasil karakterisasi SEM (a) material CCNF (b) material CNF (c) TiO ₂ /CNF dan (d) TiO ₂ /CCNF.....	15
Gambar 2.5. Hasil karakterisasi TEM (a dan b) partikel Sn@C (c dan d) Pd@C (e dan f) Ni@C (g dan h) Co@C.....	16
Gambar 2.6. Spektra absorbansi dan F(R) tanpa mempertimbangkan tranisi elektron (a) absorbansi versus λ dan (b) Energi versus F(R).....	17
Gambar 2.7. Spektra hasil perhitungan modifikasi persamaan kubelka-munk: (a) $[F(R) hv]^{1/2}$ versus Energi dan (b) $[F(R) hv]^2$ versus Energi	17
Gambar 2.8. Puncak absorbansi nanopartikel TiO ₂ yang disintesis dengan metode (a) sol-gel dan (b) hidrotermal.....	18
Gambar 2.9. Spektrum FTIR (a) TiO ₂ , (b) Karbon aktif/KA, (c) TiO ₂ -KA, (d) TiO ₂ -KA 10%, dan (e) TiO ₂ -KA 15%	19
Gambar 2.10. TiO ₂ terselubung karbon.....	21
Gambar 3.1. Desain penelitian.....	24
Gambar 3.2. Skematik alat metode <i>arc-discharge</i>	27
Gambar 4.1. Difraktogram (a) TiO ₂ anatase standar (JCPDS No. 86-1157) dan (b) TiO ₂ bahan awal TiO ₂ anatase.....	34
Gambar 4.2. Difraktogram (a) Karbon grafit standar (JCPDS No. 41-1487) dan (b) Karbon grafit bahan awal.....	35
Gambar 4.3. Perbandingan difraktogram: TiO ₂ -C0 (a), TiO ₂ -C 5(b), TiO ₂ -C 12 (c), TiO ₂ -C 25(d), TiO ₂ -C37 (e), dan TiO ₂ -C 50.	36

Gambar 4.4. Spektra FTIR dari grafit, TiO ₂ anatase, TiO ₂ -C0, TiO ₂ -C 5, TiO ₂ -C 12, TiO ₂ -C 25, TiO ₂ -C37, dan TiO ₂ -C 50	37
Gambar 4.5. SEM (a) TiO ₂ anatase (b) TiO ₂ -C 12	39
Gambar 4.6. Analisis EDX sampel TiO ₂ -C 12 (a) <i>Pure</i> dan (b) <i>Oxide</i>	39
Gambar 4.7. <i>Elemental mapping</i> atom oksigen dan titanium	41
Gambar 4.8. TEM (a) TiO ₂ -C 12 dan (b) Nanopartikel MWCNT	41
Gambar 4.9. Histogram sebaran partikel TiO ₂ /karbon	42
Gambar 4.10. Uji dispersitas (kiri ke kanan) sampel TiO ₂ -C0, TiO ₂ -C 5, TiO ₂ -C 12, TiO ₂ -C 25, TiO ₂ -C37, dan TiO ₂ -C 50 secara berurutan didalam media cair akuades(a) dan etanol (b)	43
Gambar 4.11. Mekanisme ikatan kovalen antara gugus fungsi dan karbon grafit	45
Gambar 4.12. Grafik absorbansi vs panjang gelombang	46
Gambar 4.13. Skema mekanisme fotodegradasi nanopartikel TiO ₂ -C 12	48
Gambar 4.14. Diagram level energi antara karbon dan TiO ₂	49
Gambar 4.15. Grafik waktu penyinaran (menit) terhadap C/C ₀ pada sampel uji (a) metilen biru (MB), (b) metilen biru dengan TiO ₂ (MB+TiO ₂), (c) metilen biru dengan TiO ₂ /karbon tanpa asam asetat (MB+TiO ₂ -C 0), dan (d) metilen biru dengan TiO ₂ /karbon modif asam asetat 12% (MB+TiO ₂ -C 12)	50
Gambar 4.16. Grafik sampel uji metilen biru (MB), metilen biru dengan TiO ₂ (MB+ TiO ₂), metilen biru dengan TiO ₂ /karbon tanpa asam asetat (MB+TiO ₂ -C 0), dan metilen biru dengan TiO ₂ /karbon modif asam asetat 12% (MB+TiO ₂ -C 12)	53

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1.	62
A. Perhitungan media cair.....	62
B. Prosedur penelitian.....	64
1) Preparasi elektroda(Pra-Fabrikasi).....	64
2) Tahapan fabrikasi nanopartikel.....	65
3) Tahapan pengumpulan nanokomposit (Pasca-Fabrikasi)..	66
4) Hasil Fabrikasi.....	66
Lampiran 2.	67
A. Data analisis.....	67
1) <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	67
2) <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	143
3) <i>Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> (EDX).....	151
4) Ukuran Partikel	152
Lampiran 3.	153
A. Data UV reflektansi.....	153
B. Data spektrofotometer UV-Vis.....	166
C. Kurva standar metilen biru	169
D. Uji anova.....	170